(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum 4. April 2002 (04.04.2002)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer WO 02/27064 A1

(51) Internationale Patentklassifikation7:

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): AIXTRON AG [DE/DE]; Kackertstrasse 15-17, 52072 Aachen (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP01/10961

C23C 16/448.

(22) Internationales Anmeldedatum:

22. September 2001 (22.09.2001)

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

100 48 759.9

29. September 2000 (29.09.2000) DE

(72) Erfinder; und

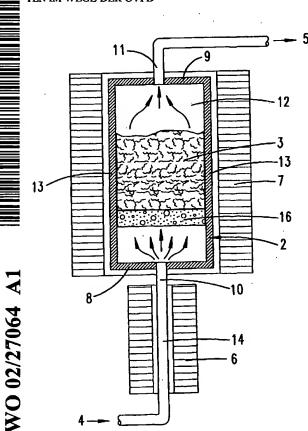
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): JÜRGENSEN, Holger [DE/DE]; Rathausstrasse 43d, 52072 Aachen (DE). STRAUCH, Gerd [DE/DE]; Schönauer Friede 80, 52072 Aachen (DE). SCHWAMBERA, Markus [DE/DE]; Boxgraben 68, 52064 Aachen (DE).

(74) Anwälte: GRUNDMANN, Dirk usw.; Corneliusstrasse 45, 42329 Wuppertal (DE).

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR DEPOSITING ESPECIALLY, ORGANIC LAYERS BY ORGANIC VAPOR PHASE DEPOSITION

(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM ABSCHEIDEN INSBESONDERE ORGANISCHER SCHICH-TEN IM WEGE DER OVPD



(57) Abstract: The invention relates to a method and a device for depositing especially, organic layers. In a heated reactor (1), a non-gaseous starting material (3) that is stored in a source (I) in the form of a container (2) is transported from said source (I) to a substrate (II) by a carrier gas (4) in gaseous form (5) and is deposited on said substrate (II). The rate of production of the gaseous starting material by the source is unpredictable due to a heat input that cannot be regulated in a reproducible manner and due to cooling resulting from the carrier gas. The invention therefor provides that the preheated (6) carrier gas (4) washes through the starting material (3) from bottom to top, the starting material being kept essentially isothermal in relation to the carrier gas by the heated (7) container walls (13).

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Abscheiden insbesondere organischer Schichten, bei dem in einem beheizten Reaktor (1) ein in einer von einem Behälter (2) gebildeten Quelle (I) bevorrateter, nicht gasförmiger Ausgangsstoff (3) mittels eines Trägergases (4) im gasförmigen Zustand (5) von der Quelle (I) zu einem Substrat (II) transportiert wird, wo er auf dem Substrat (II) deponiert. Aus der Erkenntnis heraus, das die Quelle zufolge einer nicht reproduzierbar einstellbaren Wärmezufuhr einer nicht reproduzierbar einstellbaren Wärmezufuhr und einer Abkühlung durch das Trägergas eine nicht vorhersagbare Produktionsrate gasförmigen Ausgangsstoffes hat, wird vorgeschlagen, dass das vorgeheizte (6) Trägergas (4) von unten nach oben den zufolge beheizter (7) Behälterwänden (13) im Wesentlichen isotherm zum Trägergas gehaltenen Ausgangsstoff (3) durchspült.



- (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR),

OAPT-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der f\(\tilde{u}\)r \(\tilde{A}\)nderungen der Anspr\(\tilde{u}\)che geltenden
 Frist: Ver\(\tilde{o}\)ffentlichung wird wiederholt, falls \(\tilde{A}\)nderungen
 eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

Verfahren und Vorrichtung zum Abscheiden insbesondere organischer Schichten im Wege der OVPD 00002 00003 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Abscheiden 00004 besonderer organischer Schichten, bei dem in einem 00005 beheizten Reaktor ein in einer von einem Behälter gebil-00006 deten Quelle bevorrateter, nicht gasförmiger Ausgangs-00007 stoff mittels eines Trägergases im gasförmigen Zustand 80000 von der Quelle zu einem Substrat transportiert wird, wo 00009 00010 er auf dem Substrat deponiert. 00011 Mit diesen Verfahren werden insbesondere organische 00012 Leuchtdioden (OLED) hergestellt. Es wird als OVPD-Ver-00013 00014 fahren (Organic Vapour Phase Deposition) bezeichnet. Als Ausgangsstoffe werden organische Moleküle verwen-00015 det, die insbesondere als Salze und granulatförmig 00016 vorliegen, aber auch im flüssigen Zustand vorliegen 00017 können. Diese Moleküle haben einen sehr geringen Dampf-00018 00019 druck. Durch Erwärmung des Ausgangsstoffes tritt dieser 00020 in den gasförmigen Zustand im Wege der Sublimation über. Im Stand der Technik ist der Behälter eine oben 00021 00022 offene Wanne, in welcher der Ausgangsstoff enthalten ist. Diese Wanne wird in eine Quellenzone des beheizten 00023 00024 Reaktors eingeschoben. Der aus der Granulatschüttung 00025 oder einer Schmelze verdampfende Ausgangsstoff wird 00026 mittels eines Trägergases, beispielsweise Stickstoff 00027 durch den Reaktor transportiert. Das Substrat kann sich 00028 auf einer Substrattemperatur befinden, die geringer ist 00029 als die Quellentemperatur. Dort kann der Ausgangsstoff 00030 deponieren. Im Stand der Technik werden Prozessdrucke von 0,2 mbar verwendet. 00031 00032. 00033 Die Erfindung betrifft ferner eine Vorrichtung zum Durchführen des Verfahrens mit einer einem beheizbaren

Reaktor zugeordneten Quelle in Form eines Behälters zur Aufnahme eines nicht gasförmigen Ausgangsstoffes. 00037 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, Maßnahmen 00038 00039 anzugeben, um die Wachstumsraten präziser vorherbestimmen zu können und effizienter als bisher aus dem Stand 00041 der Technik bekannt größere Substratflächen zu beschich-00042 ten. 00043 Der Erfindung liegt die Erkenntnis zugrunde, dass die 00044 00045 Quelle zufolge einer nicht reproduzierbar einstellbaren 00046 Wärmezufuhr und einer Abkühlung durch das Trägergas eine nicht vorhersagbare Produktionsrate gasförmigen 00047 00048 Aussgangsstoffes hat. Was die als nachteilig erachteten schwankenden Wachstumsraten nach sich zieht. 00049 00050 00051 Zur Lösung des vorgenannten Problems wird die in den 00052 Ansprüchen angegebene Erfindung vorgeschlagen. Der 00053 Anspruch 1 zielt darauf ab, dass bei dem Verfahren das 00054 Trägergas vorgeheizt wird und von unten nach oben bzw. anders herum, von oben nach unten den zufolge beheizter 00055 Behälterseitenwände isotherm zum Trägergas gehaltenen 00056 00057 Ausgangsstoff durchspült. Da das in den Behälter ein-00058 strömende Trägergas dieselbe Temperatur besitzt wie der 00059 durch Wärmeübertragung von den Behälterwänden aufgeheiz-00060 te Ausgangsstoff findet eine Abkühlung nicht mehr statt. Die Kondensationswärme, die dem insbesondere 00061 pulver- oder granulatförmigen Ausgangsstoff bei der 00062 00063 Verdampfung entzogen wird, wird über die Seitenwände 00064 wieder zugeführt. Zur Unterstützung der Wärmezufuhr 00065 können auch Heizstäbe in den Ausgangsstoff ragen. Die 00066 Prozessparameter sind vorzugsweise so eingestellt, dass 00067 das Trägergas bereits wenige Millimeter nach In-Kontakt-Treten mit dem Ausgangsstoff gesättigt ist. Vor-00068 zugsweise findet die Sättigung im unteren Drittel bzw. 00069

3

00070 unterem Fünftel der Aufnahmekammer statt. In einer

Variante des Verfahrens kann der Behälter von oben nachgefüllt werden. Bevorzugt wird das Trägergas von 00072 derselben Heizung vorgeheizt, die auch den Behälter 00073 heizt. Als Behälterwand kommt insbesondere Metall vor-00074 00075 zugsweise Aluminium in Betracht. 00076 Die Erfindung betrifft ferner eine Weiterbildung der 00077 gattungsgemäßen Vorrichtung dadurch, dass der Behälter einen bodenseitigen Gaseinlass und einen deckelseitigen 00079 Gasauslass und zwischen Gaseinlass und Gasauslass eine 08000 mit dem Ausgangsstoff auffüllbare Aufnahmekammer be-00081 sitzt, und den Behälterwänden sowie der in den Gasein-00082 lass mündenden Trägergaszuleitung eine Heizung zugeord-00083 net ist zum isothermen Aufheizen des Trägergases und 00084 des Ausgangsstoffes. Alternativ dazu kann vorgesehen 00085 00086 sein, dass der Behälter einen boenseitigen Gasauslass und einen deckelseitigen Gaseinlass besitzt, so dass er 00087 von oben nach unten durchströmt wird. Die Aufnahmekam-88000 00089 mer kann auch als Einsatz ausgebildet sein. Dieser Einsatz kann dann ausgewechselt werden. Der Einsatz 00090 wird in den Behälter eingesetzt. Er enthält das organi-00091 sche Material. Ist das Material verbraucht oder teilver-00092 00093 braucht, so kann der Einsatz entnommen werden und gegen 00094 einen vollen ausgetauscht werden. Der Behälter ist 00095 ringsumschlossen und besitzt außer der Einlass- bzw. 00096 Auslassöffnung vorzugsweise nur eine Nachfüllöffnung. 00097 In einer bevorzugten Ausgestaltung des Behälters liegt über dem Gaseinlass eine gasdurchlässige Zwischenwand, 00098 die aus porösem Material bestehen kann. Die Zwischen-00099 00100 wand kann als Fritte ausgebildet sein. Auf dieser Zwi-00101 schenwand liegt der insbesondere pulverförmige oder 00102 granulierte Ausgangsstoff als Schüttung. Das Trägergas wird von einer vorgeschalteten Heizung auf die Quellen-00103 00104 temperatur gebracht. Dieses Trägergas tritt dann durch

	•
001,05	die porose Zwischenwand gleichmäßig hindurch und durch-
00106	spült die auf der Zwischenwand liegende Schüttung. Es
00107	ist auch möglich flüssige Ausgangsstoffe zu verwenden.
00108	Dann wird die Flüssigkeit von dem Trägergas durchspült,
00109	ähnlich wie es bei einer Waschflasche der Fall ist. Die
00110	Zwischenwand kann eben sein, sie kann aber auch kuppel-
00111	oder konusförmig ausgebildet sein. In einer bevorzugten
00112	Ausgestaltung wird das Trägergas und der Behälter von
00113	derselben Heizung beheizt. Dies ist nicht nur bautech-
00114	nisch vorteilhaft. Es bietet auch eine hohe Gewähr
00115	dafür, dass das in den Behälter einströmende Trägergas
00116	bereits dort eine Temperatur besitzt, die der Tempera-
00117	tur des Ausgangsstoffes entspricht. In einer Weiterbil-
00118	dung der Vorrichtung ragen in den Ausgangsstoff Heizstä
00119	be ein, die separat beheizt werden können, oder wärme-
00120	leitend mit der Behälterwandung verbunden sind, um dem
00121	Ausgangsstoff Wärme zuzuführen. Die Aufnahmekammer kann
00122	von oben nachfüllbar sein. Oberhalb der Aufnahmekammer
00123	kann eine Vorratskammer vorgesehen sein. In dieser
00124	Vorratskammer kann sich ein Vorrat des Ausgangsstoffes
00125	befinden. Dieser kann über einen verschließbaren Kanal
00126	der Aufnahmekammer zugeführt werden, um diese nachzufül-
00127	len. Die Vorratskammer braucht nicht beheizt zu sein.
00128	Sie kann sogar außerhalb des Reaktors angeordnet sein
00129	und nur mit einer Nachfüllverbindung mit dem Reaktor
00130	bzw. mit dem Behälter verbunden sein.
00131	
00132	Ausführungsbeispiele der Erfindung werden nachfolgend
00133	anhand beigefügter Zeichnungen erläutert. Es zeigen:
00134	
00135	Fig. 1 in grob schematisierter Form das Verfahren
00136	bzw. die Vorrichtung zur Ausübung des Verfah-
00137	rens, wie es Stand der Technik ist,
00138	

		· • • • • • • • • • • • • • • • • • • •
00139	Fig. 2	ebenfalls nur schematisch ein erstes Ausfüh-
00140		rungsbeispiel einer erfindungsgemäß ausgebilde-
00141		ten Quelle,
00142		
00143	Fig. 3	ein weiteres Ausführungsbeispiel der Erfindung
00144		in schematisierter Darstellung,
00145		
00146	Fig. 4	ein drittes Ausführungbeispiel der Erfindung
00147		in schematisierter Darstellung,
00148		
00149	Fig. 5	ein viertes Ausführungsbeispiel der Erfindung
00150		in schematisierter Darstellung und
00151		
00152	Fig. 6	den Verlauf der Anreicherung des Trägergases
00153		mit dem gasförmigen Ausgangsstoff als Funk-
00154		tion des Partialdruckes des gasförmigen Aus-
00155		gangsstoffes im Trägergas vom Ort oberhalb der
00156		Zwischenwand.
00157		
00158	Beim OVP	D-Verfahren wird das Trägergas 4 einem von
00159	außen be	heizten Reaktor 1 zugeführt. In einer ersten
00160	heißen Z	one, der Quellenzone I, wird ein Behälter 2 in
00161	den Reak	tor gegeben, welcher eine Schüttung eines Aus-
00162	gangssto	ffes enthält. Der Ausgangsstoff sublimiert bei
00163	der Quel	lentemperatur. Der gasförmige Ausgangsstoff 5
00164	wird sod	ann mit dem Trägergas 4 zum Substrat II trans-
00165	portiert	, wo es aus der Gasphase kondensiert, um dort
00166	eine Sch	icht abzuscheiden.
00167		
00168	Die in d	en Fig. 2 bis 5 schematisch dargestellten Vor-
00169	richtung	en ersetzen den in der Fig. 1 dargestellten
00170	wannenfö	rmigen Behälter 2 des Standes der Technik.
00171		
00172		:

WO 02/27064

6

PCT/EP01/10961

Der Behälter 2 ist erfindungsgemäß geschlossen. Er 00174 besitzt einen Boden 8, insbesondere zylinderförmige Seitenwände 13 und einen Deckel 9. Der Boden besitzt 00175 00176 einen Gaseinlass 10. Der Deckel besitzt einen Gasauslass 11. Im unteren Bereich des aus Metall, insbesonde-00177 00178 re Aluminium bestehenden Behälters 2 befindet sich ein 00179 Rinströmraum, in welchen das Trägergas 4, welches durch 00180 die Trägergaszuleitung 14 fließt, einströmen kann. Nach 00181 oben wird dieser Raum durch eine poröse Zwischenwand 16 00182 begrenzt. Durch diese Zwischenwand tritt der Gasstrom 00183 hindurch und in den auf der Zwischenwand 16 geschütte-00184 ten Ausgangsstoff 3. Der Ausgangsstoff 3 wird von unten 00185 nach oben von dem Trägergas 4 durchspült, wobei das 00186 Trägergas sich bereits unmittelbar oberhalb der Zwi-00187 schenwand 16 mit dem gasförmigen Ausgangsstoff sättigt 00188 und zusammen mit dem gasförmigen Ausgangsstoff 5 aus 00189 dem Gasauslass 11 in den Reaktor austritt. Die ganze 00190 Vorrichtung, wie sie in den Fig. 2 bis 5 dargestellt 00191 ist, kann in den Reaktor integriert werden. Der Reaktor 00192 wird baulich angepasst. 00193 Die Zuleitung 14 wird von einer Heizung 6 beheizt. 00194 00195 Diese heizt das Tragergas 4 auf dieselbe Temperatur, 00196 die der Ausgangsstoff 3 in der oberhalb der Zwischen-00197 wand 16 angeordneten Aufnahmekammer 12 besitzt. Um den 00198 Ausgangsstoff 3 mit der Wärmemenge zu versorgen, die 00199 beim Verdampfen den Ausgangsstoff 3 entzogen wird, besitzt der Behälter 2 eine Behälterheizung 7. Im Aus-00200 00201 führungsbeispiel umgibt die Behälterheizung 7 die äuße-00202 re Behälterwandung 13, um sie aufzuheizen. Durch Wärme-00203 leitung wird die der Behälterwandung 13 zugeführte 00204 Wärme dem Ausgangsstoff 3 zugeführt. Bei dem in den Fig. 3 und 4 dargestellten Ausführungsbeispiel ist die 00205 00206 Heizung 6 der Trägergaszuleitung 14 dieselbe Heizung, wie die Behälterheizung 7. Um die Wegstrecke des aufzu-00207

7

00208 heizenden Trägergases 4 zu verlängern, kann die Träger-00209 gaszuleitung 14 wendelgangförmig gestaltet sein. Bei 00210 dem in Fig. 3 dargestellten Ausführungsbeispiel ist die 00211 Zwischenwand 16 kuppelförmig gestaltet. Außerdem ragen dort Heizstäbe 15 in die Schüttung des Ausgangsstoffes 00212 00213 3 hinein. Die Heizstäbe 15 sind wärmeleitverbunden mit 00214 der Behälterwandung 13. 00215 00216 Bei dem in Fig. 4 dargestellten Ausführungsbeispiel hat 00217 die Zwischenwand 16 eine konische Gestalt. Die Versor-00218 qungsleitung für das Trägergas bzw. die Ableitung desselben kann durch Öffnungen einer den Behälter und die 00219 00220 Zuleitung 14 umgebenden Heizung 6, 7 erfolgen. 00221 Bei dem in der Fig. 5 dargestellten Ausführungsbeispiel 00222 00223 ist die Aufnahmekammer 12 von oben nachfüllbar. Hierzu 00224 mündet ein Füllkanal 19 in den Behälterdeckel. Dieser Füllkanal 19 kann mit einem Verschluss 18 verschlossen 00225 werden. Oberhalb des Verschlusses befindet sich eine 00226 00227 Vorratskammer 17, in welcher sich ein Vorrat des Ausgangsstoffes 3 befindet. Die Vorratskammer kann sich 00228 00229 außerhalb des Reaktors befinden und größer sein, als 00230 dargestellt. 00231 00232 In der Fig. 6 ist dargestellt, dass der Partialdruck P 00233 des Ausgangsstoffes im Trägergas schon bei einer gering-00234 fügigen Strecke D oberhalb der Zwischenwand 16 den 00235 Sättigungsdruck erreicht hat, so dass eine Quellenverar-00236 mung auch dann nicht stattfindet, wenn der Füllstand 00237 der Aufnahmekammer 12 absinkt. 00238 00239 Durch die erfindungsgemäßen Maßnahmen ist sicherge-00240 stellt, dass die als den Quellenumsatz beeinträchtigten 00241 Parameter wie Quellentemperatur und freie Oberfläche 00242 des Ausgangsmaterials keine nachteiligen Auswirkungen

auf die Reproduzierbarkeit der Wachstumsrate mehr besit-00243 00244 zen. 00245 00246 Bei dem in der Fig. 4 dargestellten Ausführungsbeispiel ist vor dem Gasauslass in dem Reaktor ein Filter 20 in 00247 00248 Form einer Fritte vorgesehen, um zu verhindern, dass Feststoffteilchen oder Tropfen aus dem Behälter in den 00249 00250 Reaktor transportiert werden. 00251 In einer derzeit nicht bevorzugten Variante der Erfin-00252 dung ist ferner vorgesehen, dass das Trägergas mit 00253 erhöhter Temperatur in den Behälter gebracht wird. Die 00254 00255 Wärme, die zur Sublimation des Ausgangsstoffes erforderlich ist, kann dann zumindest teilweise dem Trägergas 00256 entnommen werden, wobei sich das Trägergas dann auf die 00257 Behälterwand-Temperatur abkühlt, so dass wieder isother-00258 00259 me Zustände herrschen. 00260 Das Trägergas kann dadurch erwärmt werden, dass die 00261 Zwischenwand 16 beheizt wird. Hierzu kann die Zwischen-00262 00263 wand 16 aus Metall gefertigt sein. 00264 00265 In den anhand der Figuren erläuterten Ausführungsbeispielen wird der Behälter durchgängig von unten nach 00266 oben durchströmt. Die Erfindung umfasst aber auch sol-00267 00268 che Ausführungsformen, bei denen die Gasströmung anders 00269 herum verläuft, nämlich von oben nach unten. Derartige 00270 Behälter besitzen dann deckelseitig einen Gaseinlass 00271 und bodenseitig einen Gasauslass. 00272 Die Erfindung betrifft ferner auch solche Ausführungs-00273 00274 formen, bei denen das organische Material in Einsätzen 00275 untergebracht ist, die in den Behälter eingesetzt werden können. Es muss dann nicht das organische Material 00276 unmittelbar in den Behälter hineingeschüttet werden. Es

:_]

00278	kann vorkonfektioniert werden in den Einsätzen. Diese
00279	Einsätze können dann in den Behälter eingesetzt werden
00280	Dies ermöglicht insbesondere ein rasches Auswechseln.
00281	unterschiedlicher organischer Materialien.
00282	
00283	Alle offenbarten Merkmale sind (für sich) erfindungswe-
00284	sentlich. In die Offenbarung der Anmeldung wird hiermi
00285	auch der Offenbarungsinhalt der zugehörigen/beigefügter
00286	Prioritätsunterlagen (Abschrift der Voranmeldung) voll
00287	inhaltlich mit einbezogen, auch zu dem Zweck, Merkmale
00288	dieser Unterlagen in Ansprüche vorliegender Anmeldung
00289	mit aufzunehmen

00290 Ansprüche

00291

- 00292 1. Verfahren zum Abscheiden insbesondere organischer
- 00293 Schichten, bei dem in einem beheizten Reaktor (1) ein
- 00294 in einer von einem Behälter (2) gebildeten Quelle (I)
- 00295 bevorrateter, nicht gasförmiger Ausgangsstoff (3) mit-
- 00296 tels eines Trägergases (4) im gasförmigen Zustand (5)
- 00297 von der Quelle (I) zu einem Substrat (II) transportiert
- 00298 wird, wo er auf dem Substrat (II) deponiert, dadurch
- 00299 gekennzeichnet, dass das vorgebeizte (6) Trägergas (4)
- 00300 von unten nach oben den zufolge beheizter (7) Behälter-
- 00301 wänden (13) im Wesentlichen isotherm zum Trägergas
- 00302 gehaltenen Ausgangsstoff (3) durchspült.

00303

- 00304 2. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehen-
- 00305 den Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekenn-
- 00306 zeichnet, dass dem Ausgangsstoff (3) die Verdampfungs-
- 00307 wärme über die Behälterwände (13) und/oder über in den
- 00308 Ausgangsstoff (3) ragende Heizstäbe (15) zugeführt
- 00309 wird.

00310

- 00311 3. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehen-
- 00312 den Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekenn-
- 00313 zeichnet, dass das Trägergas bereits im unteren Drittel
- 00314 bevorzugt unteren Fünftel der Aufnahmekammer mit dem
- 00315 gasförmigen Ausgangsstoff gesättigt ist.

00316

- 00317 4. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehen-
- 00318 den Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekenn-
- 00319 zeichnet, dass der Behälter (2) von oben nachgefüllt
- 00320 wird.

00321

- 00322 5. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehen-
- 00323 den Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekenn-
- 00324 zeichnet, dass das Trägergas mit überhöhter Temperatur

11

dem Behälter zugeleitet wird, so dass die Sublimations-00325 wärme zumindest teilweise dem Trägergas entnommen wird. 00326 00327 00328 6. Vorrichtung zur Durchführung eines Verfahrens insbesondere gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, mit 00329 einer einem beheizten Reaktor zugeordneten Quelle (I) 00330 in Form eines Behälters (2) zur Aufnahme eines nicht 00331 gasförmigen Ausgangsstoffes (3), dadurch gekennzeich-00332 net, dass der Behälter (2) einen Einlass (10) und 00333 einen Gasauslass (11) und zwischen Gaseinlass (10) und 00334 Gasauslass (11) eine mit dem Ausgangsstoff auffüllbare 00335 Aufnahmekammer (12) besitzt, und den Behälterwänden 00336 (13) sowie der in den Gaseinlass (10) mündenden Träger-00337 gaszuleitungen (14) eine Heizung (6, 7) zugeordnet ist, 00338 zum im Wesentliche isothermen Aufheizen des Trägergases 00339 (4) und des Ausgangsstoffes (3). 00340 00341 7. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche 00342 oder insbesondere danach, dadurch gekennzeichnet, dass 00343 der Behälter (2) eine vom Gaseinlass beabstandete, 00344 gasdurchlässige Zwischenwand (16) besitzt, auf welcher 00345 der insbesondere pulverförmige oder granulierte Aus-00346 00347 gangsstoff liegt. 00348 00349 8. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehen-00350 den Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekenn-00351 zeichnet, dass die Zwischenwand (16) eben, kuppel- oder konusförmig ist. 00352 00353 9. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehen-00354 den Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekenn-00355

zeichnet, dass das Trägergas (4) und der Behälter (2)

von derselben Heizung (6, 7) beheizt werden.

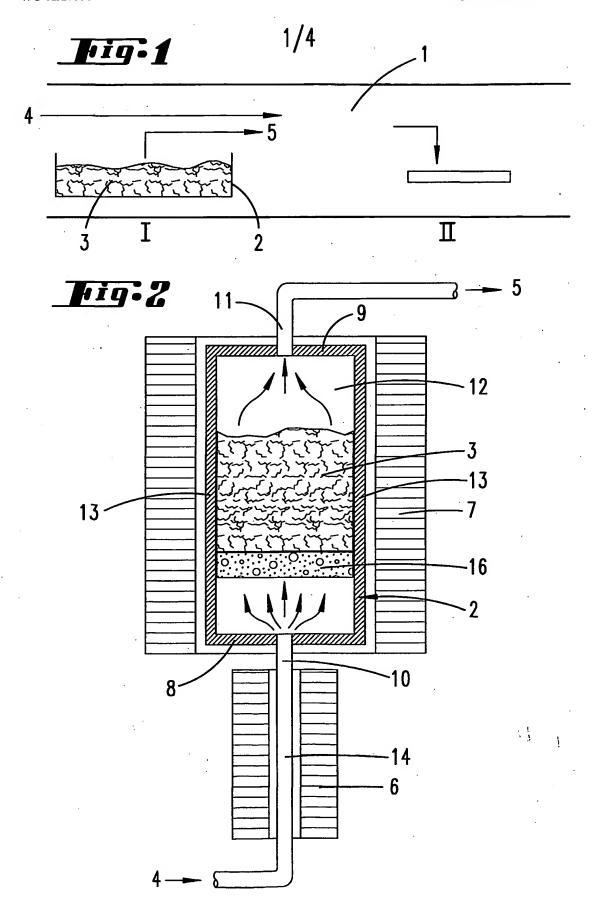
00356

00357

PCT/EP01/10961

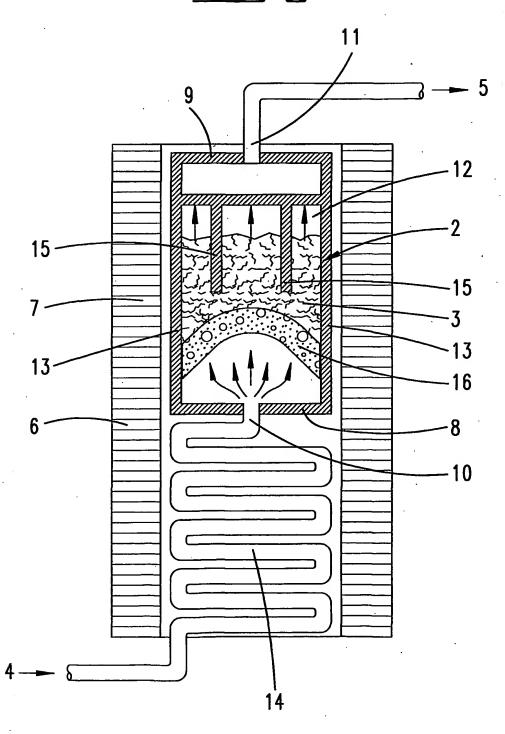
10. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-00359 henden Ansprüche oder insbesondere danach, gekennzeich-00360 net durch in die Aufnahme (12) ragende Heizstäbe (15). 00361 00362 11. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-00363 henden Ansprüche oder insbesondere danach, gekennzeich-00364 net durch eine oberhalb der Aufnahmekammer (12) angeord-00365 nete Vorratskammer (17), welche mit der Aufnahmekammer 00366 (12) über einen abschottbaren Kanal (19) verbunden ist. 00367 00368 00369 12. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch 00370 gekennzeichnet, dass die Zwischenwand (16) beheizbar 00371 ist und insbesondere aus Metall besteht. 00372 00373 13. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-00374 henden Ansprüche oder inbesondere danach, dadurch ge-00375 kennzeichnet, dass der Gasauslass (11) einen Filter 00376 insbesondere in Form einer Fritte aufweist. 00377 00378 14. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-00379 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch 00380 gekennzeichnet, dass der Gaseinlass (10) bodenseitig 00381 (8) und der Gasauslass (11) deckelseitig (9) angeordnet 00382 ist oder der Gaseinlass (10) dem Deckel (9) und der 00383 Gasauslass (11) dem Boden (8) zugeordnet ist. 00384 00385 15. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-00386 henden Ansprüche oder insbesondere danach, gekennzeich-00387 net durch einen mit dem organischen Material auffüllba-00388 ren Einsatz, welcher in den Behälter (2) einbringbar 00389 ist und welcher eine gasdurchlässige Einsatzwand besitzt, welche von dem den Behälter durchströmenden Gas 00391

durchströmbar ist.



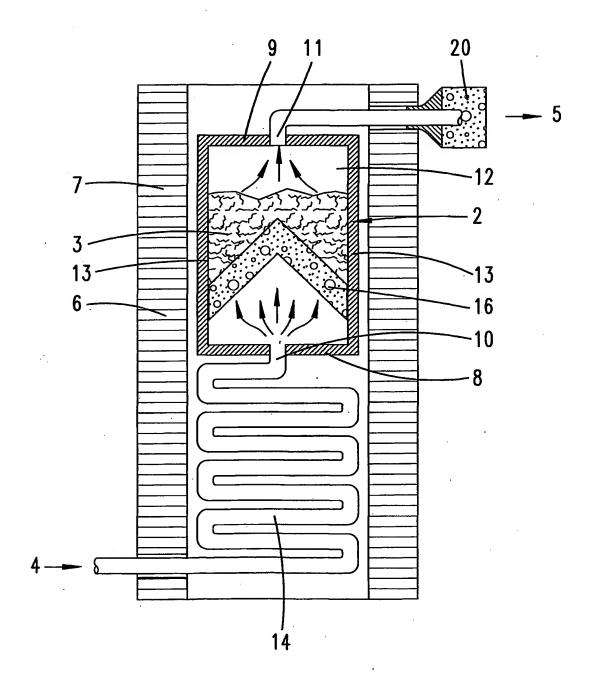
2/4

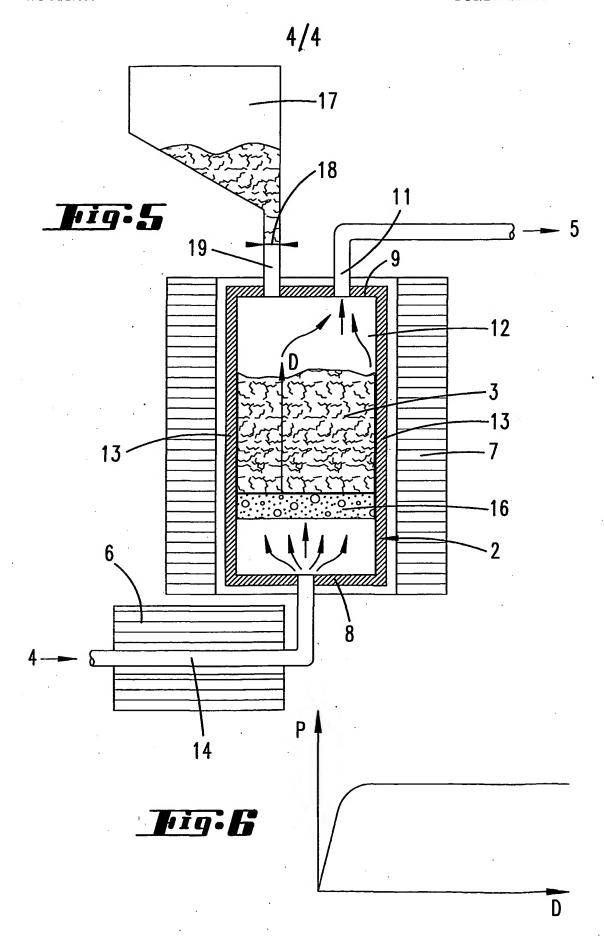
Fig.3



3/4

Fig.4





INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter al Application No PCT/EP 01/10961

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C23C16/448 C23C16/455

According to international Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) $IPC\ 7\ C23C$

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data				
C. DOCUM	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the	e relevant passages	Relevant to daim No.	
X	US 5 227 340 A (CALVERT WILSON 13 July 1993 (1993-07-13) column 2, line 59 -column 5, lifigures 1,2		1,3-9, 12,14,15	
X	EP 0 714 999 A (KODAK PATHE ;E/ CO (US)) 5 June 1996 (1996-06-0 column 5, line 23 -column 6, l figure 2	1,5-9, 13-15		
X	EP 0 387 943 A (PHILIPS PATENT ;PHILIPS NV (NL)) 19 September 1990 (1990-09-19) column 2, line 27 -column 3, l figure 1		1,5 -9 , 13-15	
X Fwi	her documents are listed in the continuation of box C.	Patent family members are listed	in annex.	
"A" docum consist "E" earlier filing ("L" docum which citatio "O" docum other	ategories of cited documents: ent defining the general state of the art which is not dered to be of particular relevance document but published on or after the international state ent which may throw doubts on priority claim(s) or is cited to establish the publication date of another or other special reason (as specified) ent reterring to an oral disclosure, use, exhibition or means ent published prior to the international filing date but than the priority date claimed	"T" later document published after the Inter- or priority date and not in conflict with cited to understand the principle or the invention "X" document of particular relevance; the or cannot be considered novel or cannot involve an inventive step when the do- "Y" document of particular relevance; the or cannot be considered to involve an in- document is combined with one or mants, such combination being obvior in the art. "&" document member of the same patent	the application but early underlying the laimed invention be considered to current is taken alone taimed invention ventive step when the ore other such docu- us to a person skilled	
	actual completion of the international search 21 January 2002	Date of mailing of the international second	arch report	
	mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax (+31-70) 340-3016	Authorized officer Joffreau, P-0		

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter at Application No
PCT/EP 01/10961

C/Continu	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	101711 01710301
Category °		Relevant to claim No.
X	US 4 947 790 A (GAERTNER GEORG ET AL) 14 August 1990 (1990-08-14)	1,6-9
X	column 6, line 24-51; figure 1 US 5 186 120 A (OHNISHI HIROSHI ET AL) 16 February 1993 (1993-02-16) column 3, line 13 -column 5, line 44; figures 1-3	1,6
X	US 5 904 771 A (SATO MAMORU ET AL) 18 May 1999 (1999-05-18) column 4, line 53-67; figure 1	1,6
X	US 2 704 727 A (PETER PAWLYK) 22 March 1955 (1955-03-22) column 2, line 24-71; figures 1,2	6
	·	
,	·	
	r5	·
	*	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

unsamation on patent family members

Inter at Application No
PCT/EP 01/10961

Patent document cited in search report	Publicat date	ion	Patent family member(s)	Publication date
US 5227340	A 13-07	-1993 NONE		
EP 0714999	A 05-06	–1996 FR	2727322 A	31-05-1996
		EP	0714999 A	
		JP	8232069 A	10-09-1996
EP 0387943	A 19-09	-1990 DE	3907963 A	13-09-1990
LI 000/5 .0		. EP	0387943 A	19-09-1990
		JP	2290235 A	30-11-1990
US 4947790	A 14-08	-1990 DE	3801147	1 27-07-1989
00 10 17700		DE	58905794	11-11-1993
		EP	0325319 /	
•		JP	1266801 A	24-10-1989
		JP	1894784 (26-12-1994
		JP	6022641 I	30-03-1994
US 5186120	A 16-02	-1993 JP	2250977 /	08-10-1990
		JP	2773893	32 09-07-1998
US 5904771	A 18-05	-1999 JP	10025576 /	27-01-1998
US 2704727	A 22-03	-1955 US	2738762	A 20-03-1956

.INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter rates Aktenzeichen PCT/EP 01/10961

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 7 C23C16/448 C23C16/455

Nach der Internationalen Patentiklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchlerter Mindestprütstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) IPK 7 C23C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der Internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 5 227 340 A (CALVERT WILSON D ET AL) 13. Juli 1993 (1993-07-13) Spalte 2, Zeile 59 -Spalte 5, Zeile 12; Abbildungen 1,2	1,3-9, 12,14,15
X	EP 0 714 999 A (KODAK PATHE ;EASTMAN KODAK CO (US)) 5. Juni 1996 (1996-06-05) Spalte 5, Zeile 23 -Spalte 6, Zeile 44; Abbildung 2	1,5-9, 13-15
X	EP 0 387 943 A (PHILIPS PATENTVERWALTUNG; PHILIPS NV (NL)) 19. September 1990 (1990-09-19) Spalte 2, Zeile 27 -Spalte 3, Zeile 19; Abbildung 1	1,5-9, 13-15

Weltere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen	X Siehe Anhang Patentfamilie
Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :	"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem Internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der
"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist	Anmeldung nicht kollidert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden
"E" älleres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist	Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung die beanspruchte Erfindung
"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft er- scheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer	kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
anderen im Recherchenbertcht genannten Veröttentlichtung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)	kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen
*O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht	Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann nahellegend ist
"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist	*&* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist
Datum des Abschlusses der Internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
21. Januar 2002	28/01/2002
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde	Bevolimächtigter Bediensteter
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Joffreau, P-O

.INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

inter rates Aktenzelchen
PCT/EP 01/10961

		TCI/EI UI	
C.(Fortsetz Kategorie	ung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht komme	nden Teile	Betr. Anspruch Nr.
· ransAnın.	Personnelled dos Actoritimes and Person resources and Leidens dos as a certifies avillated		
X	US 4 947 790 A (GAERTNER GEORG ET AL) 14. August 1990 (1990-08-14) Spalte 6, Zeile 24-51; Abbildung 1		1,6-9
X	US 5 186 120 A (OHNISHI HIROSHI ET AL) 16. Februar 1993 (1993-02-16) Spalte 3, Zeile 13 -Spalte 5, Zeile 44; Abbildungen 1-3		1,6
(US 5 904 771 A (SATO MAMORU ET AL) 18. Mai 1999 (1999-05-18) Spalte 4, Zeile 53-67; Abbildung 1		1,6
(US 2 704 727 A (PETER PAWLYK) 22. März 1955 (1955-03-22) Spalte 2, Zeile 24-71; Abbildungen 1,2		6
	•		
	·		
		•	
	·	·	
	·	•	
	•		l
	·		
			1
			*
			ľ

.INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichurgen, die zur seiben Patentfamilie gehören

Inter ales Aktenzeichen
PCT/EP 01/10961

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokume	nt	Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 5227340	A	13-07-1993	KEINE		
EP 0714999	A	05-06-1996	FR	2727322 A1	31-05-1996
•			EP	0714999 A1	05-06-1996
			JP	8232069 A	10-09-1996
EP 0387943	Α	19-09-1990	DE	3907963 A1	13-09-1990
			EP	0387943 A1	19-09-1990
•			JP	2290235 A	30-11-1990
US 4947790	Α	14-08-1990	DE	3801147 A1	27-07-1989
			DE	58905794 D1	11-11-1993
			EP	0325319 A1	26-07-1989
			JP	1266801 A	24-10-1989
		•	JP	1894784 C	26-12-1994
			JP	6022641 B	30-03-1994
US 5186120	Α	16-02-1993	JP	2250977 A	08-10-1990
			JP	2773893 B2	. 09-07-1998
US 5904771	A	18-05-1999	JP	10025576 A	27-01-1998
US 2704727	A	22-03-1955	US	2738762 A	20-03-1956